

Squash

© BSN 2019

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN

Email: dokinfo@bsn.go.id

www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Bahan	2
5 Klasifikasi	2
6 Syarat mutu.....	2
7 Pengambilan contoh	3
8 Cara uji	3
9 Syarat lulus uji.....	4
10 Higiene.....	4
11 Pengemasan.....	4
12 Penandaan	4
Lampiran A (normatif) Cara uji squash	5
Tabel 1 – Syarat mutu squash.....	2
Tabel 2 – Kriteria mikrobiologi	3

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 2984:2019, *Squash* ini merupakan revisi dari SNI 01-2984-1998, *Minuman squash*. Standar ini direvisi dan dirumuskan dengan tujuan sebagai berikut:

1. Menyesuaikan standar dengan perkembangan teknologi terutama dalam persyaratan mutu dan cara uji;
2. Menyesuaikan standar dengan peraturan-peraturan yang berlaku;
3. Melindungi produsen dan konsumen;
4. Menjamin perdagangan pangan yang jujur dan bertanggung jawab;
5. Mendukung perkembangan dan diversifikasi produk industri minuman.

Perubahan yang terjadi pada standar ini adalah :

1. Perubahan pada judul;
2. Penyesuaian acuan normatif;
3. Penyesuaian istilah dan definisi;
4. Penambahan pasal bahan dan klasifikasi;
5. Penghapusan kriteria uji sari tanpa gula, bahan tambahan makanan, pemanis buatan, pewarna tambahan dan pengawet pada tabel syarat mutu;
6. Penyesuaian syarat mutu cemaran logam berat, arsen dan cemaran mikroba mengacu pada peraturan yang berlaku;
7. Penyesuaian metode uji mengacu standar terkini.

Standar ini dirumuskan oleh Subkomite Teknis 67-04-S1 Minuman, yang telah dibahas melalui rapat teknis, dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 15 Desember 2017 di Jakarta. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, konsumen, pakar, produsen, dan instansi terkait lainnya.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 2 Maret 2018 sampai dengan tanggal 1 Mei 2018 dengan hasil akhir RASNI

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggungjawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh paten yang ada.

Squash

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan istilah dan definisi, bahan, klasifikasi, syarat mutu, pengambilan contoh, dan cara uji untuk squash.

Standar ini berlaku untuk squash dan squash berperisa/rasa.

2 Acuan normatif

Dokumen berikut merupakan bagian tidak terpisahkan untuk menggunakan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang diacu digunakan. Untuk acuan tidak bertanggal, edisi terakhir dari dokumen acuan (termasuk amandemen) digunakan.

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

SNI ISO 4833-1, *Mikrobiologi rantai pangan – Metode horizontal untuk enumerasi mikroorganisme - Bagian 1: Penghitungan koloni pada suhu 30 °C dengan teknik cawan tuang*.

SNI ISO 6887-1, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Penyiapan contoh uji, suspensi awal dan pengenceran desimal untuk pengujian mikrobiologi – Bagian 1: Aturan umum untuk penyiapan suspensi awal dan pengenceran desimal*.

SNI ISO 6887-4, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Penyiapan contoh uji, suspensi awal dan pengenceran desimal untuk pengujian mikrobiologi – Bagian 4: aturan khusus untuk penyiapan produk lain selain susu dan produk susu, daging dan produk daging, dan ikan serta produk perikanan*.

SNI ISO 7218, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan – Persyaratan umum dan pedoman untuk pengujian mikrobiologi*.

SNI ISO 7251, *Mikrobiologi bahan pangan dan pakan- Metode horizontal untuk deteksi dan enumerasi Escherichia coli terduga – Teknik angka paling mungkin (APM)*.

3 Istilah dan definisi

3.1

squash

minuman yang diperoleh dari campuran sirup atau gula dan sari buah dengan atau tanpa penambahan bahan pangan lain dan/atau bahan tambahan pangan dan dalam penggunaannya diencerkan terlebih dahulu

3.2

Squash berperisa/rasa

minuman yang diperoleh dari proses pencampuran sirup atau gula dan perisa dengan atau tanpa penambahan bahan pangan lain dan/atau bahan tambahan pangan dan dalam penggunaannya diencerkan terlebih dahulu

4 Bahan

4.1 Bahan baku

- a) Sirup atau gula;
- b) Sari buah.

4.2 Bahan pangan lain

Bahan pangan yang sesuai untuk squash.

4.3 Bahan tambahan pangan

Bahan tambahan pangan yang diizinkan untuk squash sesuai dengan ketentuan peraturan perundang-undangan.

5 Klasifikasi

Squash diklasifikasikan sebagai berikut:

- a) Squash

Squash merupakan squash dengan kandungan sari buah minimal 10%

- b) Squash berperisa/rasa

Squash berperisa/rasa merupakan squash yang tidak mengandung sari buah atau dengan kandungan sari buah kurang dari 10 %

6 Syarat mutu

Syarat mutu squash sesuai Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 – Syarat mutu squash

No	Kriteria uji	Satuan	Persyaratan
1	Keadaan		
1.1	Bau	-	Normal
1.2	Warna	-	Normal
1.3	Rasa	-	Normal
2	Padatan terlarut	° Brix	min 30 ¹⁾
3	Jumlah gula sebagai sakarosa	fraksi massa, %	25 – 55
4	Cemaran logam		
4.1	Timbal (Pb)	mg/kg	0,05
4.2	Kadmium (Cd)	mg/kg	0,01

Tabel 1 – Lanjutan

No	Kriteria uji	Satuan	Persyaratan
4.3	Timah (Sn)	mg/kg	40
4.4	Merkuri (Hg)	mg/kg	0,01
5	Cemaran arsen (As)	mg/kg	0,05
6	Cemaran mikroba	Lihat Tabel 2	
CATATAN ¹⁾ tidak berlaku untuk squash berperisa/rasa			

Tabel 2 – Kriteria mikrobiologi

No	Jenis cemaran mikroba	n	c	m	M
1	Angka lempeng total	5	2	10 ² koloni/mL	10 ³ koloni/mL
2	<i>Escherichia coli</i>	5	0	< 3 APM/mL	NA
CATATAN: n adalah jumlah sampel yang diambil dan dianalisis c adalah jumlah maksimum sampel yang boleh melampaui batas mikroba m,M adalah batas mikroba NA adalah <i>Not applicable</i>					

7 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

8 Cara uji

Cara uji untuk squash seperti di bawah ini:

- Persiapan contoh sesuai Lampiran A.1;
- Cara uji keadaan sesuai Lampiran A.2;
 - Cara uji bau sesuai Lampiran A.2.1
 - Cara uji warna sesuai Lampiran A.2.2
 - Cara uji Rasa sesuai Lampiran A.2.3
- Cara uji Padatan terlarut sesuai Lampiran A.3;
- Cara uji Jumlah gula sebagai sakarosa sesuai Lampiran A.4
- Cara uji cemaran logam sesuai Lampiran A.5;
 - Cara uji kadmium (Cd) dan timbal (Pb) sesuai Lampiran A.5.1;
 - Cara uji timah (Sn) sesuai Lampiran A.5.2;
 - Cara uji merkuri (Hg) sesuai Lampiran A.5.3.
- Cara uji cemaran arsen (As) sesuai Lampiran A.6;
- Cara uji cemaran mikroba sesuai dengan:
 - Penyiapan contoh cara uji cemaran mikroba sesuai dengan SNI ISO 6887-1 dan SNI ISO 6887-4;
 - Cara uji Angka Lempeng Total sesuai dengan SNI ISO 4833-1;

- Cara uji *E. coli* sesuai dengan SNI ISO 7251 dan tabel APM terdapat dalam SNI ISO 7218 Lampiran B

9 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu pada Tabel 1.

10 Higiene

Cara memproduksi produk yang higienis termasuk cara penyiapan dan penanganannya sesuai dengan ketentuan peraturan perundang-undangan.

11 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.

12 Penandaan

Syarat penandaan sesuai dengan ketentuan peraturan perundang-undangan.

Lampiran A

(normatif)

Cara uji squash

A.1 Persiapan contoh

Pengujian contoh terdiri atas persiapan contoh untuk uji mikrobiologi, uji keadaan dan uji kimia. Untuk uji mikrobiologi diperlukan 5 botol squash. Apabila jumlah contoh hanya 5 kemasan, maka pengambilan contoh untuk uji mikrobiologi dilakukan pertama, kemudian dilanjutkan dengan pengambilan contoh untuk uji keadaan dan uji kimia. Apabila jumlah contoh lebih dari 5 kemasan maka pengambilan contoh untuk uji keadaan dan uji kimia dapat dilakukan bersamaan, tetapi contoh diambil dari kemasan yang tidak digunakan untuk uji mikrobiologi.

A.4.4 Persiapan contoh untuk uji mikrobiologi

Buka kemasan contoh minuman squash dan ambil contoh secara aseptik sebanyak 200 mL dari masing-masing botol, kemudian tempatkan dalam 5 botol contoh steril.

A.1.2 Persiapan contoh untuk uji keadaan

Buka kemasan contoh minuman squash dan ambil contoh secukupnya, kemudian tempatkan dalam botol contoh yang bersih dan kering.

A.1.3 Persiapan contoh untuk uji kimia

- a) Buka kemasan contoh minuman squash dan ambil contoh sebanyak 500 mL, kemudian tempatkan dalam botol contoh yang bersih dan kering;
- b) campur contoh secara menyeluruh. Jika terdapat kristal gula, larutkan secara hati-hati dengan pemanasan (hindari kehilangan air karena penguapan);
- c) timbang contoh sebelum pemanasan, kemudian panaskan contoh sampai kristal gula benar-benar larut;
- d) timbang contoh setelah pemanasan, apabila terjadi kehilangan air selama pemanasan, tambahkan air sampai berat contoh sama dengan berat sebelum pemanasan, kemudian dinginkan. Gunakan contoh ini untuk pengujian kimia.

A.2 Keadaan

A.2.1 Bau

A.2.1.1 Prinsip

Pengujian contoh dengan indera penciuman yang dilakukan oleh panelis untuk pengujian keadaan.

A.2.1.2 Cara kerja

- a) Ambil contoh uji dan letakkan di atas wadah yang bersih dan kering; dan
- b) cium contoh uji untuk mengetahui baunya.

A.2.1.3 Cara menyatakan hasil

- a) Jika tidak tercium bau asing, maka hasil dinyatakan “normal”; dan
- b) jika tercium bau asing, maka hasil dinyatakan “tidak normal”.

A.2.2 Warna

A.2.2.1 Prinsip

Pengamatan contoh dengan indera penglihat (mata) yang dilakukan oleh panelis untuk pengujian keadaan.

A.2.2.2 Cara kerja

- a) Ambil contoh uji secukupnya dan letakkan di atas wadah yang bersih dan kering; dan
- b) lihat warna contoh uji.

A.2.2.3 Cara menyatakan hasil

- a) Jika terlihat warna sesuai dengan yang tercantum dalam label maka hasil dinyatakan “normal”;
- b) jika terlihat warna lain selain warna yang tercantum dalam label maka hasil dinyatakan “tidak normal”.

A.2.3 Rasa

A.2.3.1 Prinsip

Pengujian contoh dengan indera pengecap (lidah) yang dilakukan oleh panelis untuk pengujian keadaan.

A.2.3.2 Cara kerja

Ambil contoh uji dan rasakan dengan indera pengecap (lidah).

A.2.3.3 Cara menyatakan hasil

- a) Jika tidak terasa rasa asing, maka hasil dinyatakan “normal”; dan
- b) jika terasa rasa asing, maka hasil dinyatakan “tidak normal”.

A.3 Padatan terlarut

A.3.1 Prinsip

Kepadatan hidrometrik dapat digunakan untuk mendapatkan perkiraan bahan terlarut dalam larutan yang sebagian besar mengandung sukrosa. Dengan demikian, hidrometer brix digunakan. Hidrometer tersebut dikalibrasi berdasarkan pada tabel standarisasi menggunakan larutan ° 45 brix pada 20 °C. Skala alat ini menunjukkan kandungan sukrosa dalam g /100 g (°Brix).

A.3.2 Peralatan

- a) Neraca;
- b) hydrometer brix;
- c) hydrometer silinder;
- d) termometer;
- e) gelas piala 600 mL sampai 800 mL.

A.3.3 Cara kerja

A.3.3.1 Persiapan pengenceran contoh 1:1 untuk contoh yang kental dan berwarna gelap

Timbang $(200 \pm 0,5)$ g contoh (w_1) kedalam gelas piala dan tambahkan (200 ± 2) mL air suling (w_2), lalu aduk sampai homogen.

A.3.3.2 Penentuan brix

- a) Untuk mencegah adanya gelembung udara, teteskan larutan contoh dengan hati-hati ke atas hidrometer silinder yang bersih dan kering;
- b) isi silinder sampai sekitar 20 mm dari atas dan biarkan larutan contoh bertahan selama 20 menit;
- c) baca hidrometer setelah dipastikan bahwa tidak ada gelembung udara yang mengambang dan tidak bersentuhan dengan sisi silinder hidrometer;
- d) lepaskan hidrometer dan pastikan suhu larutan contoh untuk menetapkan koreksi suhu yang akan diterapkan pada pembacaan hidrometer.

A.3.3.3 Koreksi brix

Koreksi brix untuk hidrometer yang distandardisasi menggunakan larutan °45 brix pada 20 °C menggunakan Tabel A.1 sebagai berikut:

Tabel A.1 - Koreksi brix untuk hidrometer

Suhu °C	koreksi brix
14	-0,42
15	-0,36
16	-0,28
17	-0,21
18	-0,14
19	-0,07
20	0,00
21	+0,08
22	+0,15
23	+0,23
24	+0,31
25	+0,38
26	+0,47
27	+0,54
28	+0,62

A.3.4 Pernyataan hasil

Hitung brix dari contoh dengan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Brix} = \text{Pembacaan hidrometer} \times \frac{\text{berat larutan contoh setelah diencerkan (w2)}}{\text{berat contoh (W1)}}$$

Nyatakan hasil ke 0,1 brix terdekat

A.4 Gula (dihitung sebagai sakarosa)

A.4.1 Prinsip

Sakarosa dalam contoh dihidrolisis menggunakan asam. Hasil gula pereduksi dalam contoh dipanaskan pada kondisi standar menggunakan larutan *copper* (II) yang sebagian menjadi *copper* (I). *Copper* (II) berlebih kemudian ditetapkan secara iodometri. Hasil kali faktor kimia dengan kadar gula sesudah inversi menunjukkan kadar total gula.

A.4.2 Peralatan

- a) Timer;
- b) penangas air;
- c) batu didih;
- d) neraca analitik;
- e) labu ukur 100 mL, 250 mL dan 500 mL;
- f) pipet volumetrik 25 mL dan 50 mL;
- g) Erlenmeyer 300 mL;
- h) pendingin tegak;
- i) buret 50 mL;
- j) gelas piala 300 mL; dan
- k) peralatan filtrasi

A.4.3 Pereaksi

Gunakan hanya air suling atau air dengan kualitas yang sama. Pereaksi yang digunakan harus *analytical grade* atau lebih baik kecuali dinyatakan lain

- a) Larutan *carrez* I;
larutkan 21,9 g seng asetat dan 3 g asam asetat glasial dengan air dalam labu ukur 100 mL.
- b) larutan *carrez* II;
larutkan 10,6 g kalium ferrosianida dengan air dalam labu ukur 100 mL.
- c) larutan indikator metil orange 0,1 g/100 mL;
- d) larutan asam klorida, HCl 4,0 mol/L dan 1,0 mol/L;
- e) larutan natrium hidroksida, NaOH 0,1 mol/L, 1,0 mol/L dan 10 g/100 mL;
- f) larutan *Luff schoorl*;
larutkan 86,2 g natrium karbonat anhidrat, 31,3 g natrium bikarbonat, 70,0 g natrium sitrat dan 25,0 g tembaga (II) sulfat (serbuk). Campur semua garam kering secara merata dan larutkan campuran tersebut sambil diaduk secara konstan dalam 800 mL air dingin. Kemudian pindahkan larutan tersebut ke dalam labu 1 L dan tepatkan sampai tanda garis dengan air suling.
- g) larutan natrium tio sulfat, Na₂S₂O₃ 0,1 mol/L;
- h) larutan kanji 0,5%;

tambahkan campuran 5 g kanji dalam 30 mL air ke dalam 1 L air mendidih. Didihkan selama 3 menit, dinginkan dan jika perlu tambahkan 10 mg merkuri iodida sebagai pengawet.

- i) larutan asam sulfat, H_2SO_4 3 mol/L;
 - j) larutan kalium iodida, KI 30g/100 mL;
 - k) batu didih granul, didihkan dalam asam klorida, cuci dengan air dan keringkan;
 - l) 3-methylbutan-1-ol atau parafin cair BP atau larutan silikon antibuih; dan
 - m) larutan fenolftalein, 1 g/100 mL.
- larutkan 1 g fenolftalein ke dalam 60 mL *methyalted spirit* industri (*denatured* alcohol) dan tepatkan sampai 100 mL dengan air.

A.4.4 Cara kerja

A.4.4.1 Ekstraksi contoh

- a) Timbang secara seksama 15 g contoh (W) dan masukkan ke dalam labu ukur 500 mL, dengan 450 mL air;
- b) tambahkan 10 mL larutan Carrez I dan campur dengan cara digoyangkan selama 1 jam;
- c) tambahkan 10 mL larutan Carrez II dan goyangkan selama 1 menit;
- d) tambahkan air sampai tanda tera dan kocok; dan
- e) saring untuk menjernihkan larutan menggunakan kertas Whatman No. 2 atau yang setara.

A.4.4.2 Inversi

- a) Pipet 50 mL filtrat (A.4.4.1.e) dan pindahkan ke dalam gelas piala 150 mL;
- b) masukan elektroda dari pH meter ke dalam larutan. Aduk secara terus menerus, sambil menambahkan HCl 1 mol/L sampai pH larutan menjadi 3,0. Catat jumlah HCl yang digunakan;
- c) pipet 50 mL filtrat (A.4.4.1.e) ke dalam labu ukur 200 mL dan tambahkan HCl sejumlah yang sama dengan A.4.4.2.b yang dapat menjadikan pH larutan menjadi 3,0 dan tambahkan lagi 1,5 mL;
- d) masukan ke dalam penangas air selama 30 menit;
- e) dinginkan dengan cepat sampai suhu 20°C dan tambahkan 15 mL larutan NaOH 0,1 mol/L; dan
- f) tambahkan air sampai tanda tera.

A.4.4.3 Standardisasi larutan *Luff Schrool*

- a) Larutkan 2.375 g sukrosa (yang sudah dikeringkan pada 100° C) dalam 100 mL air dalam gelas piala 300 mL;
- b) tambahkan 15 mL HCl 1 mol/L dan air sampai volume menjadi 150 mL;
- c) panaskan sampai mendidih, didihkan selama 2 menit, dinginkan dan tambahkan 2 tetes atau 3 tetes larutan indikator fenolftalein, serta netralkan dengan larutan NaOH 10 g/100 mL;
- d) pindahkan ke dalam labu ukur 500 mL dan larutan sampai menjadi 500 mL dengan air. Larutan ini mengandung glukosa setara 0,005 g/mL;
- e) pipet 50 mL larutan ini ke dalam labu ukur 200 mL dan tambahkan air sampai tanda tera sehingga mengandung glukosa setara 1,25 mg/mL;
- f) pipet 25 mL larutan dari A.4.4.3.e dan titrasi menggunakan metode *Luff Schrool* termasuk blankonya.
- g) gula reduksi sebesar 31,25 mg seharusnya menghasilkan perbedaan titar sebanyak 12,35 mL natrium tiosulfat 0,1 mol/L;
- h) jika hasilnya berbeda dengan nilai tersebut maka faktor standar (F) ini harus dihitung.

A.4.4.4 Titrasi dengan metode *Luff Schrool*

- Pipet 25 ml larutan *Luff Schrool* dan pindahkan ke dalam labu 300 mL dan tambahkan 25 mL larutan gula reduksi serta tambahkan batu didih;
- hubungkan pendingin tegak dengan labu dan tempatkan diatas pemanas. Atur api hingga larutan dalam labu mendidih selama 2 menit, aduk labu sekali-sekali;
- didihkan lagi sampai 10 menit dan kendalikan buih dengan menambahkan beberapa tetes larutan anti buih;
- dinginkan segera dalam air dingin dan setelah 5 menit lakukan titrasi;
- tambahkan 10 mL larutan KI dan tambahkan 25 mL asam sulfat 3 mol/L;
- titrasi dengan natrium tiosulfat 0,1 mol/L sampai terbentuk warna kuning;
- tambahkan larutan kanji dan selesaikan titrasi;
- lakukan titrasi yang sama dari blangko dengan mencampur 25 mL larutan *Luff Schrool* dan 25 mL air. Sesudah menambahkan 10 mL larutan KI dan 25 mL asam sulfat 3 mol/L tanpa pemanasan. Lakukan titrasi sesuai dengan A.4.4.4.f dan A.4.4.4.g

A.4.5 Pernyataan hasil**A.4.5.1 Perhitungan faktor standardisasi**

- Hitung perbedaan titar antara titrasi standar dan blangko, nyatakan dalam mL dari 0,1 mol/L larutan natrium tiosulfat;
- dari tabel A.2 tentukan jumlah glukosa dalam mg setara dengan perbedaan titar, lakukan interpolasi bila diperlukan, jumlah glukosa (mg) ditentukan dari tabel = x

$$\text{Faktor standardisasi, } F = \frac{31,25}{x}$$

A.4.5.2 Perhitungan kadar gula total

- Hitung perbedaan titar antara titrasi contoh dan blangko, nyatakan dalam mL dari 0,1 mol/L larutan natrium tiosulfat dari tabel A.2;
- dari Tabel A.2 tentukan jumlah glukosa dalam mg setara dengan perbedaan titar;
- tentukan jumlah glukosa (mg) dari tabel y ;
- massa contoh yang diambil w ;
- tentukan kadar gula dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar gula} = \frac{0,95 \times 8,0 \times F \times y}{w} \% \text{ (w/w)}$$

Tabel A.2 - Nilai untuk 25 mL larutan *Luff Schrool*

Natrium tiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,1 mol/L (mL)	Glukosa (mg)
1	2,4
2	4,8
3	7,2
4	9,7
5	12,2
6	14,7
7	17,2
8	19,8
9	22,4
10	25,0

Tabel A.2 – Lanjutan

Natrium tiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,1 mol/L (mL)	Glukosa (mg)
11	27,6
12	30,3
13	33,0
14	35,8
15	38,5
16	41,3
17	44,2
18	47,1
19	50,0
20	53,0
21	56,0
22	59,1
23	62,2

A.4.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 1,11% dari nilai rata-rata hasil kadar gula total. Jika kisaran lebih besar dari 1,11%, maka uji harus diulang kembali.

A.5 Cemarkan logam berat

A.5.1 Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd)

A.5.1.1 Prinsip

Contoh dikeringkan dan kemudian diabukan pada 450°C dengan kenaikan suhu yang bertahap ($\leq 50^\circ\text{C}/\text{jam}$). Tambahkan HCl 6 M (1+1) dan uapkan larutan sampai kering. Residu dilarutkan dengan 0,1 M HNO_3 kemudian ditentukan dengan menggunakan SSA tungku grafit, pada panjang gelombang 283,3 untuk Pb dan 228,8 untuk Cd.

A.5.1.2 Peralatan

- SSA tungku grafit;
- Lampu *hollow cathode* atau katoda Pb dan Cd yang dapat diisi ulang;
- Tanur dengan termostat dapat menjaga suhu $(450 \pm 25)^\circ\text{C}$;
- Pemanas listrik dapat mencapai suhu di atas 300°C ;
- Lampu, IR 250 W;
- Desikator;
- Gelas arloji;
- batang pengaduk;
- Lampu, IR 250 W

A.5.1.3 Pereaksi

- Air; *redistilled* atau *deionized*, $\geq 18 \text{ M}\Omega\text{-cm}$;
- Asam klorida, HCl, 6 M. Encerkan 500 mL HCl (37% w/w) dengan air sampai 1 L;
- Asam nitrat, HNO_3 , 65% (w/w);
- Asam nitrat, HNO_3 , 0,1 M, encerkan 7 mL HNO_3 (A.5.1.3.b) dengan 1 L air;
- Larutan baku Pb, 1 mg/mL;

larutkan 1,000 g Pb dalam 7 mL HNO_3 dalam labu ukur 1 L kemudian encerkan sampai tanda tera.

- f) Larutan baku Cd, 1 mg/mL;
larutkan 1,000 g Cd dalam 14 mL air + 7 mL HNO_3 dalam labu ukur 1 L kemudian encerkan sampai tanda tera.
- g) Larutan baku kerja untuk analisis tungku grafit.
encerkan larutan baku dengan 0,1 M HNO_3 .

A.5.1.4 Cara kerja

A.5.1.4.1 Homogenisasi

Homogenisasi contoh jika perlu, menggunakan peralatan yang tidak menyebabkan kontaminasi. Periksa peralatan logam, jika peralatan mengandung bagian logam yang diuji.

A.5.1.4.2 Pengeringan

- a) Timbang dalam cawan 10 g sampai 20 g contoh uji;
- b) Keringkan dalam oven, penangas air atau pemanas listrik pada suhu 100 °C.

A.5.1.4.3 Pengabuan

Letakan cawan dalam tanur dengan suhu awal tidak lebih dari 100 °C. Naikkan suhu dengan kecepatan maksimum 50°C/jam sampai 450 °C. Biarkan cawan dalam tanur sedikitnya 8 jam atau semalam.

A.5.1.4.4 Pelarutan

- a) Basahi abu dengan 1 mL sampai 3 mL air dan uapkan di atas penangas air atau pemanas listrik. Letakan kembali cawan dalam tanur dengan suhu awal tidak lebih dari 200 °C. Naikkan suhu dengan kecepatan maksimum 50 °C/jam sampai 100 °C /jam hingga mencapai 450 °C. Lakukan proses pengabuan pada suhu 450 °C selama 1 jam sampai 2 jam atau lebih;
- b) ulangi proses pengabuan sampai contoh menjadi abu sempurna. Abu seharusnya berwarna putih atau abu-abu atau sedikit berwarna. Jumlah pengulangan yang diperlukan tergantung pada jenis contoh;
- c) tambahkan 5 mL HCl 6 M ke dalam cawan dan pastikan bahwa semua abu bersentuhan dengan asam;
- d) uapkan asam di atas penangas air atau pemanas listrik;
- e) larutkan residu dengan (10,0 mL sampai 30,0 mL) $\pm 0,1$ mL HNO_3 0,1 M. Aduk cawan dengan hati-hati sampai semua abu bersentuhan dengan asam;
- f) tutup cawan dengan gelas arloji dan biarkan selama 1 jam sampai 2 jam. Kocok larutan dalam cawan secara hati-hati dengan batang pengaduk dan pindahkan larutan ke dalam botol plastik;
- g) lakukan cara kerja blangko dengan cara yang sama dengan contoh. Gunakan 2 blangko untuk masing-masing *batch* analisis;
- h) analisis timbal (Pb) dan cadmium (Cd) gunakan SSA tungku grafit. Panjang gelombang, campuran gas, program suhu dan parameter alat lainnya untuk masing-masing logam dapat dilihat pada manual alat;
- i) bila hasil uji berada di luar rentang linier, encerkan larutan uji dengan 0,1 M HNO_3 .

A.5.1.5 Perhitungan dan evaluasi hasil

a) Limit deteksi

Hitung limit deteksi (LD) untuk masing-masing logam

$LD = 3 \times \text{standar deviasi dari rata-rata penentuan blangko}$ ($n = \geq 20$)

b) Perhitungan

- Hitung konsentrasi, c , dari logam dalam contoh dengan persamaan sebagai berikut

$$\text{Kadar Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd), } C \text{ (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{W}$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi dari contoh (mg/kg)

a adalah konsentrasi dari larutan uji (mg/L)

b adalah rata-rata konsentrasi dari larutan blangko (mg/L)

V adalah volume dari larutan uji (mL)

W adalah bobot contoh (g)

- Jika $(a - b)$ lebih rendah dari LD, ganti dengan LD untuk menghitung limit deteksi dari contoh.
- Jika larutan uji diencerkan, faktor pengenceran harus diperhitungkan.
- Rata-rata hasil ulangan harus dinyatakan dengan 2 angka signifikan.

A.5.2 Timah (Sn)

A.5.2.1 Prinsip

Destruksi contoh dengan cara destruksi bertekanan menggunakan *microwave* yang dilanjutkan dengan pelarutan dalam larutan asam. Logam yang terlarut dihitung menggunakan alat SSA dengan panjang gelombang maksimal 286,3 atau 235,5 nm.

A.5.2.2 Peralatan

- SSA beserta kelengkapannya (lampu katoda Sn), dapat menggunakan SSA Nyala ataupun SSA Tungku grafit;
- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- seperangkat alat microwave digester, dengan vessel berkapasitas 70 - 100 mL;
- pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret;
- labu ukur 50 mL, 100 mL, dan 1000 mL;
- wadah *polypropylene*; dan
- kertas saring tidak berabu dengan spesifikasi *particle retention liquid* sebesar 20 - 25 μgm .

A.5.2.3 Pereaksi

- Larutan asam nitrat, HNO_3 pekat (65 %, Bj 1,4);
- larutan asam klorida, HCl pekat (37 %, Bj 1,19);
- larutan baku 1000 $\mu\text{g/mL}$ Sn siap pakai;
- larutan baku Sn 50 $\mu\text{g/mL}$
isi labu takar 50 mL dengan 10-20 mL air, tambahkan 2,5 mL HCl pekat, kocok, biarkan hingga suhu ruang, tambahkan 2,5 mL larutan baku Sn 1000 $\mu\text{g/mL}$, lalu encerkan hingga tepat tanda kocok, larutan ini stabil sedikitnya selama 1 minggu;
- larutan baku Sn 1,0 $\mu\text{g/mL}$ Cd;

isi labu takar 50 mL dengan 10 - 20 mL air, tambahkan 2,5 mL HCL pekat, kocok, biarkan hingga suhu ruang, tambahkan 1,0 mL larutan baku Sn 50 µg/mL, lalu encerkan hingga tepat tanda kocok,

- f) larutan baku kerja Sn untuk SSA nyala;
encerkan larutan standar 1000 µg/mL sehingga didapatkan deret standar sesuai kadar analit dan rentang kerja alat, tambahkan 5 mL larutan HNO₃ 1 mL HCl , dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok.
- g) larutan baku kerja Sn untuk SSA tungku grafit;
encerkan larutan standar 1 µg/mL sehingga didapatkan deret standar sesuai kadar analit dan rentang kerja alat, tambahkan 5 mL larutan HNO₃ 1 mL HCl , dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok.
- h) larutan modifier untuk GTA;
 - larutan Ammonium dihydrogen phosphate 10 %;
larutkan 10,0 gram ammonium dihydrogen phosphate (NH₄H₂PO₄) dalam 100 mL air
 - larutan Magnesium Nitrate (mengandung konsentrasi Mg 10 g/L);
larutkan 10,5 gram magnesium nitrate hexahydrate (Mg(NO₃)₂.6H₂O) dalam 100 mL air (atau bisa menggunakan larutan siap pakai);
 - pipet 2,5 mL larutan ammonium dihydrogen phosphate dan 0,25 mL larutan magnesium nitrate ke dalam labu takar 50 mL, tanbahkan 1 mL asam nitrat pekat dan encerkan dengan air hingga tanda lalu kocok

A.5.2.4 Cara kerja

- a) Timbang 0,2 g sampai dengan 0,5 g contoh ke dalam tabung destruksi (atau sesuai rekomendasi alat), tambah 5 mL HNO₃ dan 1 mL HCl, tutup rapat dan masukkan ke dalam alat microwave. Kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat.
- b) Secara kuantitatif, pindahkan larutan destruksi contoh ke dalam labu ukur 50 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- c) Kerjakan blanko dengan pemakaian pereaksi seperti yang digunakan pada contoh. Siapkan deret baku dengan konsentrasi sesuai rentang kerja alat.
- d) Baca absorben larutan deret baku, larutan contoh dan larutan blanko dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom tanpa nyala pada panjang gelombang 286,3 atau 235,5 nm.
- e) Buat kurva kalibrasi dengan sumbu Y sebagai absorben dan sumbu X sebagai konsentrasi dalam ppm dari pembacaan deret larutan baku kerja. Hitung kandungan Sn dalam contoh.

A.5.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar timah (Sn), (mg/kg), } w = \frac{a \times V \times 1000 \times F}{E \times 1000}$$

Keterangan

- a adalah µg/mL dari kurva kalibrasi larutan deret baku Sn;
- V adalah volume larutan hasil destruksi sampel (mL)
- E adalah bobot sampel awal (g)
- F adalah factor pengenceran (=1 jika tanpa pengenceran)

A.5.3 Merkuri (Hg)

A.5.3.1 Prinsip

Reaksi antara senyawa merkuri dengan NaBH₄ atau SnCl₂ dalam keadaan asam akan membentuk gas atomik Hg. Jumlah Hg yang terbentuk sebanding dengan absorbans Hg yang dibaca menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang maksimum 253,7 nm.

A.5.3.2 Peralatan

- a) SSA yang dilengkapi lampu katoda Hg dan generator uap hidrida (HVG);
- b) *microwave digester*;
- c) neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- d) pemanas listrik;
- e) pendingin terbuat dari borosilikat, diameter 12 mm sampai dengan 18 mm, tinggi 400 mm diisi dengan cincin *Raschig* setinggi 100 mm, dan dilapisi dengan batu didih berdiameter 4 mm di atas cincin setinggi 20 mm;
- f) tabung destruksi;
- g) labu destruksi 250 mL berdasar bulat;
- h) labu ukur 1 000 mL, 500 mL, dan 100 mL;
- i) gelas ukur 25 mL;
- j) pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret; dan
- k) gelas piala 500 mL.

A.5.3.3 Pereaksi

- a) Larutan asam sulfat, H_2SO_4 9 M;
- b) Larutan asam nitrat, HNO_3 7 M;
- c) Campuran HNO_3 : HClO_4 (1:1);
- d) Hidrogen peroksida, H_2O_2 pekat;
- e) Larutan natrium molibdat, $\text{NaMoO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 2%;
- f) Larutan pereduksi;
campurkan 50 mL H_2SO_4 dengan 300 mL aquabides dalam gelas piala 500 mL dan dinginkan sampai suhu ruang kemudian tambahkan 15 g NaCl, 15 g hidroksilamin sulfat, dan 25 g SnCl_2 . Pindahkan ke dalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- g) Larutan natrium borohidrida, NaBH_4 ;
larutkan 3 g serbuk NaBH_4 dan 3 g NaOH dengan air suling dalam labu ukur 500 mL.
- h) Larutan pengencer;
masukkan 300 mL sampai dengan 500 mL air suling kedalam labu ukur 1.000 mL dan tambahkan 58 mL HNO_3 kemudian 67 mL tambahkan H_2SO_4 . Encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok.
- i) Larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ Hg;
larutkan 0,1354 g HgCl_2 dengan kira-kira 25 mL air suling dalam gelas piala 250 mL dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- j) Larutan baku 10 $\mu\text{g/mL}$ Hg;
pipet 10 mL larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ Hg ke dalam labu ukur 1.000 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 10 $\mu\text{g/mL}$.
- k) Larutan baku 0,1 $\mu\text{g/mL}$ Hg;
pipet 1 mL larutan baku 10 $\mu\text{g/mL}$ Hg ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 0,1 $\mu\text{g/mL}$.
- l) Larutan baku kerja Hg; dan
pipet masing-masing 0,1 mL; 0,25 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL dan 5,0 mL larutan baku 0,1 $\mu\text{g/mL}$ ke dalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,0001 $\mu\text{g/mL}$; 0,00025 $\mu\text{g/mL}$; 0,0005 $\mu\text{g/mL}$; 0,001 $\mu\text{g/mL}$; 0,002 $\mu\text{g/mL}$ dan 0,005 $\mu\text{g/mL}$ Hg
- m) Batu didih.

A.5.3.4 Cara kerja

A.5.3.4.1 Pengabuan basah

- Timbang 5 g contoh (W) dengan teliti ke dalam labu destruksi dan tambahkan 25 mL H_2SO_4 9 M, 20 mL HNO_3 7 M, 1 mL larutan natrium molibdat 2 %, dan 5 butir sampai 6 butir batu didih;
- hubungkan labu destruksi dengan pendingin dan panaskan di atas pemanas listrik selama 1 jam. Hentikan pemanasan dan biarkan selama 15 menit;
- tambahkan 20 mL campuran HNO_3 : HClO_4 (1:1) melalui pendingin,
- hentikan aliran air pada pendingin dan panaskan dengan panas tinggi hingga timbul uap putih. Lanjutkan pemanasan selama 10 menit dan dinginkan;
- tambahkan 10 mL air suling melalui pendingin dengan hati-hati sambil labu digoyang-goyangkan;
- didihkan lagi selama 10 menit;
- matikan pemanas listrik dan cuci pendingin dengan 15 mL air suling sebanyak 3 kali kemudian dinginkan sampai suhu ruang;
- pindahkan larutan destruksi contoh ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- pipet 25 mL larutan di atas ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan larutan pengencer sampai tanda garis;
- siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- tambahkan larutan pereduksi ke dalam larutan baku kerja Hg, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat "HVG";
- baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm;
- buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- lakukan pengerjaan duplo; dan
- hitung kandungan Hg dalam contoh.

A.5.3.4.2 Destruksi menggunakan *microwave digester* atau destruksi sistem tertutup

- Timbang 1 g contoh (W) ke dalam tabung destruksi dan tambahkan 5 mL HNO_3 , 1 mL H_2O_2 kemudian tutup rapat;
- masukkan ke dalam *microwave digester* dan kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat;
- pindahkan larutan destruksi contoh ke dalam labu ukur 50 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- tambahkan larutan pereduksi ke dalam larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG;
- baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm;
- buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- lakukan pengerjaan duplo; dan
- hitung kandungan Hg dalam contoh.

A.5.3.5 Perhitungan

$$\text{Kadar merkuri (Hg), (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi merkuri dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter ($\mu\text{g/mL}$);

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);

W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);

fp adalah faktor pengenceran

A.5.3.6 Ketelitian

Kisaran RSD dari dua kali ulangan maksimum 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka uji harus diulang kembali.

A.6 Cemaran arsen (As)

A.6.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang maksimum 193,7 nm.

A.6.2 Peralatan

- SSA yang dilengkapi dengan lampu katoda As dan generator uap hidrida (HVG);
- Tanur;
- Microwave digester*;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Pemanas listrik;
- Bunsen burner*;
- Labu *Kjeldahl* 250 mL;
- Labu terbuat dari borosilikat berdasar bulat 50 mL.
- Labu ukur 1 000 mL, 500 mL, 100 mL, dan 50 mL;
- Gelas ukur 25 mL;
- Pipet volumetrik 25 mL;
- Pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret;
- Cawan porselen kapasitas 50 mL; dan
- Gelas piala 200 mL.

A.6.3 Pereaksi

- Asam nitrat, HNO_3 pekat;
- Asam sulfat, H_2SO_4 pekat;
- Asam perklorat, HClO_4 pekat;
- Ammonium oksalat, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ jenuh;
- Hidrogen peroksida, H_2O_2 pekat;
- Larutan natrium borohidrida, NaBH_4 ;
larutkan 3 g NaBH_4 dan 3 g NaOH dengan air suling sampai tanda garis ke dalam labu ukur 500 mL.
- Larutan asam klorida, HCl 8 M;
larutkan 66 mL HCl pekat kedalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- Larutan timah (II) klorida, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 10 %;

timbang 50 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ke dalam gelas piala 200 mL dan tambahkan 100 mL HCl pekat. Panaskan hingga larutan jernih dan dinginkan kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

- i) Larutan kalium iodida, KI 20 %;
timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).
- j) Larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 75 mg/mL;
larutkan 3,75 g MgO dengan 30 mL H_2O secara hati-hati, tambahkan 10 mL HNO_3 , dinginkan dan encerkan hingga 50 mL dengan air suling.
- k) Larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ As;
larutkan 1,3203 g As_2O_3 kering dengan sedikit NaOH 20% dan netralkan dengan HCl atau HNO_3 1:1 (1 bagian asam : 1 bagian air). Masukkan ke dalam labu ukur 1 L dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- l) Larutan baku 100 $\mu\text{g/mL}$ As;
pipet 10 mL larutan baku As 1.000 $\mu\text{g/mL}$ ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi 100 $\mu\text{g/mL}$ As.
- m) Larutan baku 1 $\mu\text{g/mL}$ As; dan
pipet 1 mL larutan standar arsen 100 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 1 $\mu\text{g/mL}$ As.
- n) Larutan baku kerja As;
pipet masing-masing 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 4,0 mL dan 5,0 mL larutan baku 1 $\mu\text{g/mL}$ As ke dalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,005 $\mu\text{g/mL}$; 0,01 $\mu\text{g/mL}$; 0,02 $\mu\text{g/mL}$; 0,03 $\mu\text{g/mL}$; 0,04 $\mu\text{g/mL}$ dan 0,05 $\mu\text{g/mL}$ As.

A.6.4 Cara kerja

A.6.4.1 Pengabuan basah

- a) Timbang 5 g sampai 10 g contoh (W) ke dalam labu *Kjeldahl* 250 mL, tambahkan 5 mL sampai 10 mL HNO_3 pekat dan 4 mL sampai 8 mL H_2SO_4 pekat dengan hati-hati;
- b) setelah reaksi selesai, panaskan dan tambahkan HNO_3 pekat sedikit demi sedikit sehingga contoh berwarna coklat atau kehitaman;
- c) tambahkan 2 mL HClO_4 70 % sedikit demi sedikit dan panaskan lagi sehingga larutan menjadi jernih atau berwarna kuning (jika terjadi pengarangan setelah penambahan HClO_4 , tambahkan lagi sedikit HNO_3 pekat);
- d) dinginkan, tambahkan 15 mL H_2O dan 5 mL $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ jenuh;
- e) panaskan sehingga timbul uap SO_3 di leher labu;
- f) dinginkan, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- g) pipet 25 mL larutan diatas dan tambahkan 2 mL HCl 8 M, 0,1 mL KI 20 % kemudian kocok dan biarkan minimum 2 menit;
- h) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- i) tambahkan larutan pereduksi (NaBH_4) ke dalam larutan baku kerja As, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG;
- j) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 193,7 nm;
- k) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- l) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- m) lakukan pengerjaan duplo; dan
- n) hitung kandungan As dalam contoh.

A.6.4.2 Destruksi menggunakan *microwavedigester* atau destruksi sistem tertutup

- Timbang 1 g contoh (W) ke dalam tabung destruksi dan tambahkan 5 mL HNO₃, 1 mL H₂O₂ kemudian tutup rapat;
- masukkan ke dalam *microwave digester* dan kerjakan sesuai dengan petunjuk pemakaian alat;
- setelah dingin, pindahkan larutan destruksi ke dalam labu ukur 25 mL secara kuantitatif dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis (V);
- pipet 10 mL larutan destruksi ke dalam labu borosilikat berdasar bulat 50 mL, tambahkan 1 mL larutan Mg(NO₃)₂, uapkan di atas pemanas listrik hingga kering dan arangkan. Abukan dalam tanur dengan suhu 450 °C (± 1 jam);
- dinginkan, larutkan dengan 2,0 mL HCl 8 M, 0,1 mL KI 20% dan biarkan minimum 2 menit. Tuangkan larutan tersebut ke dalam tabung contoh pada alat;
- siapkan NaBH₄ dan HCl dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat;
- tuangkan larutan baku kerja As 0,01 µg/mL; 0,02 µg/mL; 0,03 µg/mL; 0,04 µg/mL; 0,05 µg/mL serta blanko ke dalam 6 tabung contoh lainnya. Nyalakan *burner* atau *bunsen* serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh;
- baca nilai absorbans tertinggi larutan baku kerja As dan contoh dengan blanko sebagai koreksi;
- buat kurva kalibrasi antara konsentrasi As (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- lakukan pengerjaan duplo; dan
- hitung kandungan As dalam contoh.

A.6.5 Perhitungan

$$\text{Kadar arsen (As), (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi arsen dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL);
 V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);
 w adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);
 fp adalah faktor pengenceran.

A.6.6 Ketelitian

Kisaran RSD dari dua kali ulangan maksimum 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka uji harus diulang kembali.

Bibliografi

- [1] AOAC Official Methods 920.175, *Preparation of Sample. Final Action.*
- [2] AOAC Official Method 971.21, *Mercury in Foods, Flameless Atomic Absorption Spectrophotometric Method, Final Action.*
- [3] AOAC Official Method 999.11, *Determination Lead, Cadmium, Copper, Iron and Zinc in Foods, Atomic Absorption Spektrophotometry after Dry Ashing. NMKL – AOAC Method. Final Action.*
- [4] AOAC Official Method 999.10, *Lead, Cadmium, Zinc, Copper and Iron, in foods: Atomic Absorption Spectrophotometry after Microwave Digestion, NMKL – AOAC. Final Action.*
- [5] BS-EN 13805:2014. *Foodstuffs-Determination of Trace Elements-Pressure digestion*
- [6] BS-EN 15764:2009. *Foodstuff-Determination of Trace Element-Determination of Tin by Flame and Graphite Furnace AAS after pressure digestion*
- [7] ICUMSA Method GS8-5.(1994). *The Determination of The Apparent Total Sugar Content of Beet Pulp by The Luff Schoorl Procedure – Accepted.*
- [8] ICUMSA Method GS4-15. (1994). *The Determination of Apparent Dry Substance (°Brix) Molasses Using A Hydrometer – Accepted.*
- [9] Undang-Undang Nomor 8 Tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen;
- [10] Undang-Undang Nomor 36 Tahun 2009 tentang Kesehatan;
- [11] Undang-Undang Nomor 18 Tahun 2012 tentang Pangan;
- [12] Undang-Undang Nomor 3 Tahun 2014 tentang Perindustrian;
- [13] Undang-Undang Nomor 20 Tahun 2014 tentang Standardisasi dan Penilaian Kesesuaian;
- [14] Peraturan Pemerintah Nomor 69 Tahun 1999 tentang Label dan Iklan Pangan;
- [15] Peraturan Pemerintah Nomor 28 Tahun 2004 tentang Keamanan, Mutu, dan Gizi Pangan;
- [16] Peraturan Menteri Perindustrian Nomor 24/M-IND/PER/2/2010 tentang Pencantuman Logo Tara Pangan dan Kode Daur Ulang pada Kemasan Pangan dari Plastik;
- [17] Peraturan Menteri Perindustrian Nomor 75/M-IND/PER/7/2010 tentang Pedoman Cara Produksi Pangan Olahan yang Baik (*Good Manufacturing Practices*);
- [18] Peraturan Menteri Kesehatan No. 033 Tahun 2012 tentang Bahan Tambahan Pangan;
- [19] Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 4 sampai 25 Tahun 2013, Nomor 36 sampai 38 Tahun 2013, Nomor 4 Tahun 2014, dan Nomor 22 Tahun 2016 tentang Batas Maksimum Penggunaan Bahan Tambahan Pangan;
- [20] Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 16 Tahun 2016 tentang Kriteria Mikrobiologi dalam Pangan Olahan.
- [21] Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 21 Tahun 2016 tentang Kategori Pangan.
- [22] Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 5 Tahun 2018 tentang Batas Cemaran Logam Berat dalam Pangan Olahan.

Informasi Pendukung Terkait Perumus Standar

[1] Komtek Perumus SNI

Subkomite Teknis 67-04-S1, Minuman

[2] Susunan Keanggotaan Subkomite Teknis Perumus SNI

Ketua	: Abdul Rochim	Dit. Mintemgar - KEMENPERIN
Sekretaris	: Herry Rinaldi	BPPI - KEMENPERIN
Anggota	: Riris Marito	Dit. Mintemgar - KEMENPERIN
	Arius Sunarso	Konsumen
	Mulhaquddin S.	BBIA - KEMENPERIN
	Djoko Setyono	Konsumen
	Lasrida Yuniaty	BPOM
	Warsono	Konsumen
	Basrah Enie	Pusat Layanan Informasi Industri Pangan
	Arum Maryudiani	GAPMMI
	Sugiono	IPB
	Neni Pujiastuti	AIPS
	Tjondro Sulistiorini	ASPADIN

Susunan keanggotaan Komite Teknis ini adalah ketika SNI ini ditetapkan, beberapa penggantian keanggotaan Komite Teknis saat SNI dirumuskan adalah sebagai berikut :

Willem Petrus Riwu (Ketua) Dit. Mintemgar – Kemenperin

Aslam Hasan Dit. Mintemgar – Kemenperin

Suzana GAPMMI

[3] Konseptor Rancangan SNI

Nur Widiani

Balai Besar Industri Agro

[4] Sekretariat Pengelola Komtek perumus SNI

Pusat Standardisasi Industri - Badan Penelitian dan Pengembangan Industri
Kementerian Perindustrian